

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 3 日現在

機関番号：11601

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2011～2013

課題番号：23560496

研究課題名(和文) ニッケル基合金の初期劣化部位検出を目指した超音波干渉VSMの開発

研究課題名(英文) Development of Supersonic Interference VSM for detecting initial degradation on Nickel based Alloy

研究代表者

山口 克彦 (YAMAGUCHI, Katsuhiko)

福島大学・共生システム理工学類・教授

研究者番号：30251143

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,900,000円、(間接経費) 1,170,000円

研究成果の概要(和文)： 構造材料として広く用いられているNi合金の劣化を初期段階で検出するために超音波干渉VSMという新しい磁気的非破壊検査手法の開発を行った。これは劣化部位に微小な磁性体が生じることを利用して、特定部位の磁気特性の変化を検出できる装置である。試作機により、異なる2つの周波数をもつ超音波の交叉領域にある微小磁性体の磁気特性を測定することに成功した。

また劣化度合いと磁気特性の関連性を明らかにするために、モンテカルロシミュレーションを行い、保持力と残留磁化が劣化により生じる微小磁性体の分布とよく対応していることを示した。

以上から、劣化診断として超音波干渉VSMが有効であると示すことができた。

研究成果の概要(英文)： A new magnetic non-destructive evaluation method named as a supersonic interference VSM was developed for detecting initial degradation on Nickel based alloy, which is widely used as structural materials. The measurement method is based on the fact that degradation area shows tiny magnetic property, although original alloy has no magnetism. As the experimental results, the magnetic properties of tiny magnetic materials were measured at the cross points of two supersonic waves which have different frequencies by a trial equipment.

Moreover, magnetization processes depending on the distribution of small magnetic materials around degradation region were simulated by Monte Carlo method. The simulation results show the magnetic remanence and coercivity are good correspondences with degradation degrees.

The results show the hopeful possibility that the supersonic interference VSM becomes a very useful tool as a new non-destructive evaluation method.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：電気電子工学・計測工学

キーワード：構造材料 経年劣化 非破壊検査 磁気測定 Ni合金 超音波干渉 微小磁性体

1. 研究開始当初の背景

(1) Alloy600 に代表される Ni 基合金は、その機械的強度や耐熱性、耐腐食性の高さから原子力産業や航空・宇宙産業など広い分野で使われている材料である。しかし、それ故にその劣化度合いを適切に評価することは社会の安全性を維持するために重要であり、早期に劣化を診断できる手法の開発が切望されている。

(2) 従来から劣化度合いを検証する方法として超音波を使用した非破壊検査探傷法が広く用いられてきた。しかし、この方法は小さなひび割れが生じた後に検証可能となるため、傷が生じるより早い段階での診断は困難であった。

2. 研究の目的

(1) Ni 基合金は劣化が起こる前には磁気的性質をもたない非磁性の状態であるが、大きな力によって歪みが集中したり、過酷な熱環境にさらされたりした場合に、ひび割れを生じる前であってもその経年劣化に伴って磁気を帯びた微小な磁性体を内部に生成させる。すなわち、磁性体の生成箇所を検出し、その磁気特性を解析することができれば、どの位置にどの程度の劣化が生じているのかを検証するための新しい磁気的非破壊検査手法が確立できると考えられる。

(2) そこで本研究では、初期劣化段階の Ni 基合金に生じる微小磁性体を検出するための空間分解能の高い磁気測定手法を開発し、また、その磁気特性から劣化度合いを見積もるための解析手法を構築することを目的とした。

3. 研究の方法

(1) 磁場中に置かれた試料に微小振動を与えることで試料付近の磁場を変動させ、これによりサーチコイルに生じる誘導起電力を測定することで、試料の磁化を検出する測定方法を試料振動型磁力計 (VSM) という。ここで試料の任意の部分にのみ微小振動を与えることができれば VSM と同様の原理により、振動部位の磁化を検出できると考えられる。これは、わずかに周波数の異なる 2 つの超音波を交叉するように試料に入射し、交叉する領域でその周波数差による低周波のうなりを生じさせることで可能である。

(2) この超音波による干渉波を用いれば空間分解能の高い磁気測定が可能となり、図 1 に示した原理のように劣化部位を特定することができると考えられる。これを超音波干渉 VSM と呼ぶこととする。

(3) また、超音波干渉 VSM により検出される特定部位の磁気特性に対して、劣化度合いとの関係性を明らかにするために 1 μm レベル

の表面磁性状態が検出できる μ-Kerr 顕微鏡を用いて相補的な検証を行う。

(4) 更に、磁気特性データから劣化度合いを解析するために、モンテカルロシミュレーションを用いて、劣化による微小磁性体の密度と磁化過程の相関を明らかにする。

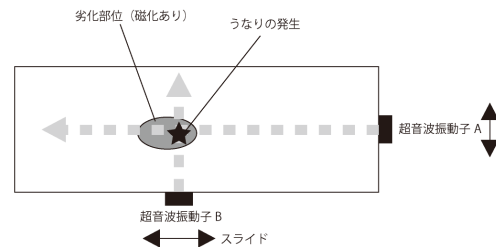


図 1 超音波干渉 VSM の原理図

4. 研究成果

(1) Ni 基合金である Alloy600 を 650 で焼成した場合の試料全体での磁気特性の変化を図 2 に示す。焼成時間によって B-H カーブが大きく異なり、5 時間焼成のものでは試料内部に多くの磁性体が生じていることがわかる。

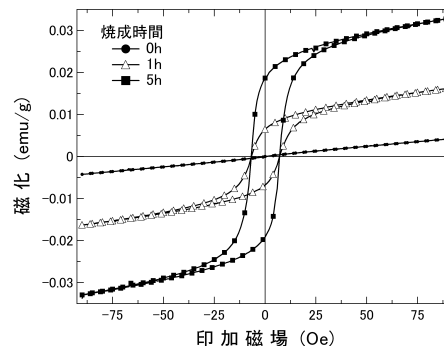


図 2 Alloy600 に対する焼成 (650 ) 時間ごとの BH カーブ

(2) 走査型電子顕微鏡の EDX モードで測定した Alloy600 中の結晶粒界近傍での Cr 分布を図 3 に示す。Cr 濃度が部分的に減少していることがわかる。この領域で Alloy600 の化学量論組成がずれるために磁性を発現していると考えられる。また試料を集束イオンビーム (FIB) により切り出し、STEM で観察したところ、図 4 のように残留応力による歪みが確認された。

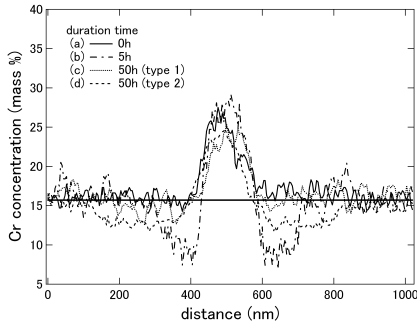


図3 SEM-EDXによるCr分布測定結果

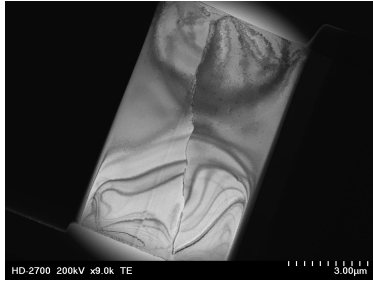


図4 粒界近傍でのBF-STEM画像

(3) 超音波干渉VSMシステムを図5のように組み立てた。サーチコイルは外部ノイズの影響をできるだけ低く抑えるように図6のように4連式となっている。超音波発生源として共振振動数が261kHzの積層アクチュエータを用いた。微小に周波数を変えた2つの超音波の交叉位置でうなりが生じていることを受信アクチュエータにより図7のように確認した(赤部分が測定されたうなり信号、緑線は想定されるうなりの周波数を示す)。

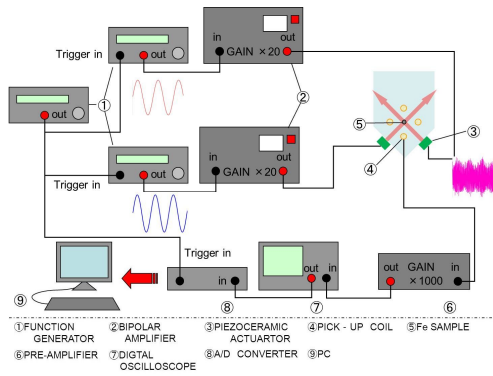


図5 超音波干渉VSMの概略図



図6 4連式サーチコイル

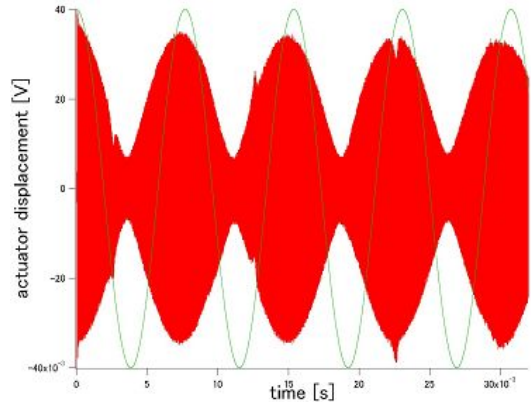


図7 受信アクチュエータで検出されたうなり信号

(4) 試作機での課題点として、超音波発生源である積層アクチュエータ自体から超音波の周波数と同期した電磁波ノイズを発生してしまい、サーチコイルに受信されてしまうことがわかった。これを改良するために積層アクチュエータからの超音波を試料に直接入射するのではなく、図8のようなV字型の伝送路を用いてできるだけ試料・アクチュエータ間の距離を離し、更にアクチュエータと試料にそれぞれ電磁シールドを施した。また試料とサーチコイルは直接には接していないものの、架台を通して間接的に振動がサーチコイルに伝わってしまうことが確認された。そのため架台を分離し、床面に防振台を置くこととした。その結果、図9のように超音波干渉VSMによる磁気特性が測定できた。なお、図9の縦軸はサーチコイルの信号をローパスフィルタに通した後にFFTにより解析し、うなり周波数成分の大きさを取り出したものである。ただし試料は非磁性体に埋め込まれた鉄の薄片でありAlloy600の磁化測定には1ケタほど感度を増す必要がある。

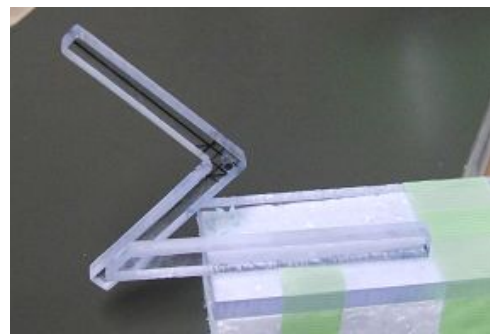


図8 V字型伝送路

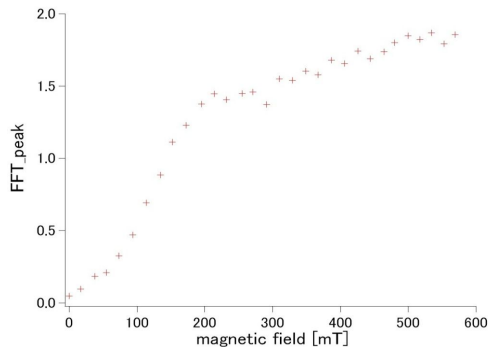


図9 超音波干渉 VSM により測定された鉄微小片の B-H カーブ

(5) 微小磁性体のミクロンオーダーでの磁気特性を検証するために、焼成された Alloy600 の粒界の B-H カーブを  $\mu$ Kerr 顕微鏡により測定したものを図 10 に示す。parallel は粒界の長手方向に平行に磁場を印可したもので、perpendicularity は垂直に磁場をかけたものとなっており、形状異方性の効果があらわれている。超音波干渉 VSM で測定する部位には多くの粒界が様々な方向を向いており、磁気特性は垂直・水平の結果を平均したものと考えると考えられる。

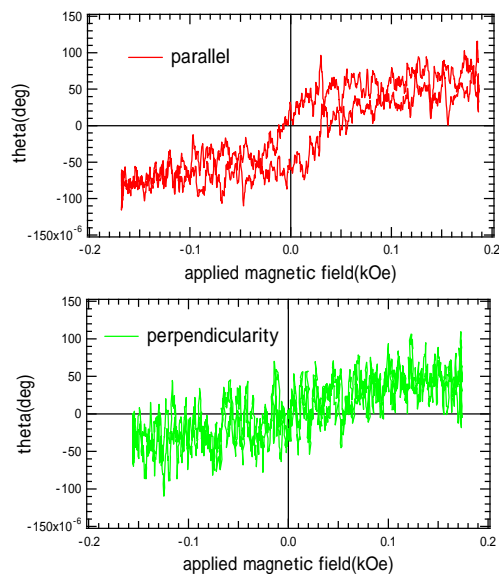


図10 劣化 Alloy 粒界近傍での  $\mu$ -Kerr 顕微鏡による B-H カーブ

(6) 超音波干渉 VSM で得られる各部位の磁気特性から劣化度合いを判定するための解析手法として、モンテカルロ法によるシミュレーションを行った。焼成時間による劣化度合いに応じて結晶粒界における微小な磁性体の濃度分布が異なっていくことを想定し、図 11 のような B-H カーブを得た。これは図 2 の実験結果とよく対応しており、磁気的非破壊検査を実用化する上で、この解析手法が有用であることを示している。

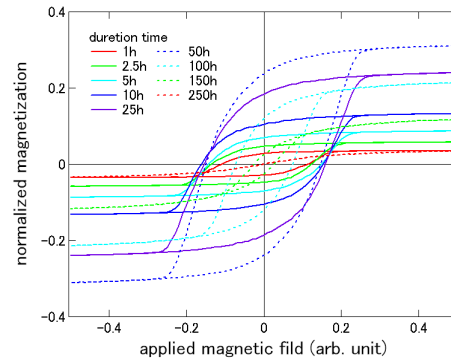


図 11 モンテカルロシミュレーションによる Alloy600 の磁気特性

(7) 本研究期間内に、超音波干渉 VSM の実現が達成できた。実用化に際しては感度・空間分解能の点でまだ改良の余地があるが、超音波発生源をアクチュエータから水晶振動子のようなより高周波を発生できるデバイスに変更していくことで充分実機として開発可能だと考えられる。またこの技術を従来型の VSM に適用することにより、今までにない小型の VSM を製品化していくことができる可能性がある。劣化した Alloy600 の結晶粒界をモデル化して行ったモンテカルロシミュレーションの結果は実験結果をよく再現していることから、磁気的非破壊検査手法の新しい解析法として提案することができるようになった。以上のように、本研究では磁気的非破壊検査に関する新しい測定法と解析法を提示し、より安全・安心な社会を構築する支援技術を提供することができたと考えられる。

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 6 件)

Kenji Suzuki, Kenichi Terashima, Katsuhiko Yamaguchi, Tetsuya Uchimoto, Toshiyuki Takagi, Monte Carlo Simulation for Magnetic Granular System with Gaussian Distribution, Transaction of the Japan Society for Simulation Technology, 査読有, Vol. 4, No. 4, 160-167, 2013.

DOI: <http://dx.doi.org/10.11308/tjsst.4.160>

Kenji SUZUKI, Hidetoshi UENO, Tsugiko TAKASE, Katsuhiko YAMAGUCHI, Development of a new micro-MOKE magnetometer combined with magnetic domain scope, PRZEGLĄD ELEKTROTECHNICZNY, 査読有, ISSN 0033-2097, R. 89 NR 2b/2013, 28-31, 2013

<http://yadda.icm.edu.pl/baztech/element/bwmeta1.element.baztech-6db8f6a8-be8b-4abf-9774-f9bf1fc6fd17>



K. Yamaguchi, K. Suzuki, T. Takase, O. Nittono, T. Uchimoto, T. Takagi, Hysteresis properties for local magnetic sites distribution on grain boundary, Physica B: Condensed Matter, 査読有, Vol.407, Issue 9, 1420-1423, 2012.

<http://dx.doi.org/10.1016/j.physb.2011.10.007>

K. Yamaguchi, K. Imae, O. Nittono, T. Takagi, K. Yamada, New residual stress detector using angle resolved Barkhausen noise, International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics, 査読有, Vol. 36, 71-74, 2011.

DOI: [10.3233/JAE-2011-1345](https://doi.org/10.3233/JAE-2011-1345)

K. Yamaguchi, K. Suzuki, O. Nittono, T. Uchimoto, T. Takagi, Magnetic dynamic process of magnetic layers around grain boundary for sensitized Alloy 600, IEEE Transactions on Magnetics, 査読有, Vol. 47, 1118-1121, 2011.

DOI: [10.1109/TMAG.2010.2073683](https://doi.org/10.1109/TMAG.2010.2073683)

K. Yamaguchi, K. Suzuki, T. Takase, T. Takara, O. Nittono, T. Uchimoto, T. Takagi, Local Magnetic Properties and Magnetic Particle Distribution due to Cr Depletion in Sensitized Ni based Alloy, Electromagnetic Nondestructive Evaluation, IOS press, XIV, 355-361, 2011.

DOI:10.3233/978-1-60750-750-5-355

[学会発表](計 13 件)

Kenichi Terashima, Kenji Suzuki, Katsuhiko Yamaguchi, Tetsuya Uchimoto, Toshiyuki Takagi, Simulation Analysis on Grain Boundaries Thought Relation between Cr Depletion Distribution and Local Magnetic Properties, Thirteenth International Symposium on Advanced Fluid Information, pp.32-33, 2013.11, (仙台)

Kenichi Terashima, Kenji Suzuki and Katsuhiko Yamaguchi, Minor loop analysis using Monte Carlo simulation for clusters with various magnetic site densities, The 32th JSST Annual Conference International Conference on Simulation Technology, OS17-12, pp.96, 2013.9.13, (明治大学(東京))  
寺島顕一, 鈴木健司, 山口克彦, 内一哲哉, 高木敏行, 鋭敏化した Alloy600 のマイナーループ解析, 第 37 回日本磁気学会 学術講演会, 3pA-15, pp.15, 2013.9.3, (北海道大学(札幌))

秋元慎也, 高瀬つぎ子, 山口克彦, 磁性変化を有する Ni 基合金の光電子分光測定, 第 37 回日本磁気学会学術講演会,

3aB-3, pp.18, 2013.9.3, (北海道大学(札幌))

上野秀俊, 石渡真, 寺島顕一, 鈴木健司, 高瀬つぎ子, 山口克彦, ドメインスコープと同一視野で観察可能な新しい  $\mu$ -MOKE 磁力計の開発, 第 37 回日本磁気学会学術講演会, 3sB-5, pp.20, 2013.9.3, (北海道大学(札幌))

K. Terashima, K. Suzuki, K. Yamaguchi, T. Uchimoto, T. Takagi, Minor Hysteresis Loop Analysis for Magnetic Granular Systems with Local Distribution, 19th International Conference on the Computation of Electromagnetic Fields, PB2-10, pp.47, 2013.7.2, (ブダペスト(ハンガリー))

Kenichi Terashima, Kenji Suzuki, Hidetoshi Ueno, Makoto Ishiwata, Tsugiko Takase, Katsuhiko Yamaguchi, Measurement of magnetization process for magnetic grain region in austenitic stainless steel using  $\square$ -MOKE magnetometer, 9th International Symposium on Hysteresis Modeling and Micromagnetics, WAO-14, pp.10, 2013.5.15, (タオルミーナ(イタリア))

K. Suzuki, K. Yamaguchi, T. Uchimoto, T. Takagi, Simulation analysis on grain boundaries thought relation between Cr depletion distribution and local magnetic properties, Eleventh International Symposium on Advanced Fluid Information and Transdisciplinary Fluid Integration, 2012.9.20, (仙台市)

Kenji SUZUKI, Hidetoshi UENO, Tsugiko TAKASE, Katsuhiko YAMAGUCHI, Development of a new micro-MOKE magnetometer combined with magnetic domain scope, Symposium on Applied Electromagnetics (SAEM2012), 2012.6.6, (ソプラノ(ハンガリー))

K. Yamaguchi, K. Suzuki, T. Uchimoto and T. Takagi, Simulation Analysis on the Change of B-H Curve Pattern for Sensitized Alloy 600, IFS Collaborative Research Forum, CRF-62, pp.154-155, 2011.11, (仙台市)

鈴木健司, 山口克彦, 高瀬つぎ子, 入野修, 局所的磁性粒子分散系クラスターの磁気特性シミュレーション, 第 35 回日本磁気学会学術講演会, 第 35 回日本磁気学会学術講演概要集 30aC-6, pp.350, 2011.9.30, (新潟市)

K. Suzuki, K. Yamaguchi, T. Takase, O. Nittono, T. Uchimoto, and T. Takagi, Temperature dependence of magnetic properties for sensitized Alloy 600, Proceedings of 18th International Conference on the Computation of

Electromagnetic Fields (Sydney),  
PD7.1(ID649), pp.81, 2011.7, (シドニ  
ー(オーストラリア))  
Katsuhiko Yamaguchi, Kenji Suzuki,  
Tsugiko Takase, Osamu Nittono, Tetsuya  
Uchimoto, Toshiyuki Takagi,  
Hysteresis properties for local  
magnetic sites distribution on grain  
boundary, 8th International Symposium  
on Hysteresis Modeling and  
Micromagnetics (HMM2011), WBP-02,  
2011.5.11, (Levico (Italy))

〔図書〕(計0件)

〔産業財産権〕  
出願状況(計0件)

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：  
出願年月日：  
国内外の別：

取得状況(計0件)

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：  
取得年月日：  
国内外の別：

〔その他〕  
ホームページ等

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

山口 克彦 (YAMAGUCHI, Katsuhiko)  
福島大学・共生システム理工学類・教授  
研究者番号：30251143